

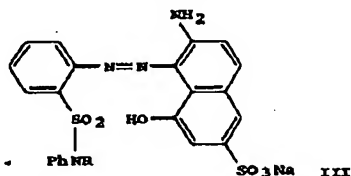
Red monoazo dyes. Luczak, Barbara; Walens, Jerzy. (Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Barwników "Organika", Pol.). Pol. (1979), 3 pp. CODEN: POXXA7 PL 101484 19790331 Patent written in Polish. Application: PL 77-196067 19770216. CAN 92:78091 AN 1980:78091 CAPLUS (Copyright 2002 ACS)

Patent Family Information

Patent No.	Kind	Date	Application No.	Date
PL 101484	P	19781230	PL 1977-196067	19770216

Abstract

Coupling by a novel procedure of 2-amino-8-hydroxynaphthalene-6-sulfonic acid (I) [90-51-7] with diazotized N1-methyl-N1-phenyl-o-aminobenzenesulfonamide (II) [33224-10-1] or N1-ethyl-N1-phenyl-o-aminobenzenesulfonamide [81-10-7] gave nearly salt-free red dyes III R = Me [72616-64-9] or R = Et [70865-30-4]. Thus molten II 26.2 was stirred into 30% HCl soln. 127 parts and the soln. was stirred with cooling to obtain a suspension of II.HCl. The suspension was cooled to 0-5°, NaNO₂ was added and the obtained diazonium chloride of II was reacted with 123.9 g in presence of Na₂CO₃ 8 wt. parts. Dye III (R = Me) was salted out with NaCl and purified by redissoln. in hot water contg. Na₂CO₃. Cooling gave the dye paste contg. <2% NaCl.



POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

101484

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 16.02.77 (P. 196067)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 16.01.78

Opis patentowy opublikowano: 31.03.1979

Int. Cl² C09B 29/00



Twórcy wynalazku: Barbara Łuczak, Jerzy Walens

Uprawniony z patentu tymczasowego: Ośrodek Badawczo-Rozwojowy

Przemysłu Barwników „Organika”, Zgierz (Polska)

Sposób otrzymywania czerwonych barwników monoazowych

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania czerwonych barwników monoazowych o ogólnym wzorze przedstawionym na rysunku, w którym X oznacza grupę metylową lub grupę etylową.

Znany sposób otrzymywania tego typu barwników polega na bezpośrednim dwuazowaniu N-alkiloanilidu kwasu ortanilowego w roztworze lub w zawiesinie w kwaśnym środowisku wodnym i sprzęganiu z roztworem kwasu 2-amino-8-naftolo-6-sulfonowego w środowisku kwasu octowego w obecności octanu sodowego. Wytworzone w powyższy sposób barwniki zawierają tak duże ilości zanieczyszczeń powstających w wyniku reakcji ubocznych przebiegających podczas procesu sprzęgania, że praktycznie nie nadają się one do stosowania bez dodatkowego procesu oczyszczania. Oczyszczanie to polega na rozpuszczeniu gotowych barwników po procesie ich syntezy w wodzie i ponownym wytrąceniu z roztworu przez dodanie chlorku sodowego. Taki sposób postępowania powoduje jednak znaczne zanieczyszczenie barwników chlorkiem sodowym, którego obecność powoduje pogorszenie rozpuszczalności w wodzie produktu finalnego i uniemożliwia sporządzanie z tych barwników stężonych płynnych preparatów barwiących.

Sposobem według wynalazku N-alkiloanilid kwasu ortanilowego stapia się i płynną masę wylewa się do stężonego kwasu solnego, po czym wytrącony w postaci chlorowodoru anilid poddaje się dwuazowaniu. Otrzymany związek dwuazoniowy sprzęga się kwasem 2-amino-8-naftolo-6-sulfonowym w obecności chlorku sodowego w środowisku wodnym o wartości pH 1. Wyodrębniony ze środowiska reakcji barwnik, rozpuszcza się w wodzie w temperaturze 40–80°C z dodatkiem węgla sodowego przy pH około 7 i wytrąca z uzyskanego roztworu działaniem węgla sodowego. Wydzielony w postaci płynnej żywicy barwnik oddziela się od roztworu macierzystego, ponownie rozpuszcza w wodzie z dodatkiem środka przeciwpylnego i suszy w suszarni rozpyłowej lub przeprowadza w postać stężonego płynnego preparatu barwiącego, dodając niejonowe środki powierzchniowoczyste, korzystnie etery poliglikolowe, trójetanolaminę, sól kuchenną i wodę. Otrzymane sposobem według wynalazku barwniki charakteryzują się dobrą rozpuszczalnością w wodzie, wynoszącą 150 g/l, a wskutek praktycznie całkowitego usunięcia soli nieorganicznych i barwnych zanieczyszczeń z masy produktu końcowego stanowią wartościowy produkt do zabarwienia na kolor czerwony włókien wełnianych i poliamido-

BEST AVAILABLE COPY

wych. Barwniki przeprowadzone w postać stężonego płynnego preparatu barwiącego posiadają wysoką koncentrację i nie sedymentują w czasie przechowywania.

Wynalazek ilustrują następujące przykłady, w których części i procenty oznaczają części i procenty wagowe, a stopnie temperatury podano w stopniach Celsjusza:

Przykład I. 26,2 części 100% N-metyloanilidu kwasu ortanilowego stapia się w temperaturze około 60° do konsystencji płynnej i podczas mieszania wylewa się do 127 części 30% roztworu kwasu solnego. Uzyskany klarowny roztwór miesza się do wytrącenia zawiesiny chlorowodoru N-metyloanilidu kwasu ortanilowego, po czym chłodzi się do temperatury 0–5° przez dodanie do niej 180 części lodu, dwuazuje za pomocą 6,9 części azotynu sodowego w postaci 30% wodnego roztworu i poddaje uzyskaną masę filtrowaniu. Otrzymany roztwór związku dwuazoniowego chłodzi się lodem do temperatury 0–5° i wkrapla do niego roztwór składnika biernego otrzymany przez rozpuszczenie 23,9 części kwasu 2-amino-8-naftolo-6-sulfonowego w 66 częściach wody z dodatkiem 8 części węgla sodowego. Po wdropleniu roztworu składnika biernego dodaje się do powstałej zawiesiny 88 części chlorku sodowego, co stanowi 10% w stosunku do objętości masy reakcyjnej i dalej kontynuuje mieszanie w ciągu 6–8 godzin, po czym uzyskaną zawiesinę filtruje się. Wydzielony osad barwnika po odfiltrowaniu rozpuszcza się w 720 częściach wody z dodatkiem 7,2 części węgla sodowego i ogrzewa do temperatury około 60°. Z uzyskanego klarownego roztworu wydziela się barwnik przez szybkie dodanie 14,4 części węgla sodowego. Zawiesinę chłodzi się przeponowo do temperatury około 30°, a wydzielony w postaci płynnej żywicy barwnik oddziela się od roztworu. Otrzymuje się około 150 części pasty barwnika zawierającej 2% chlorku sodowego.

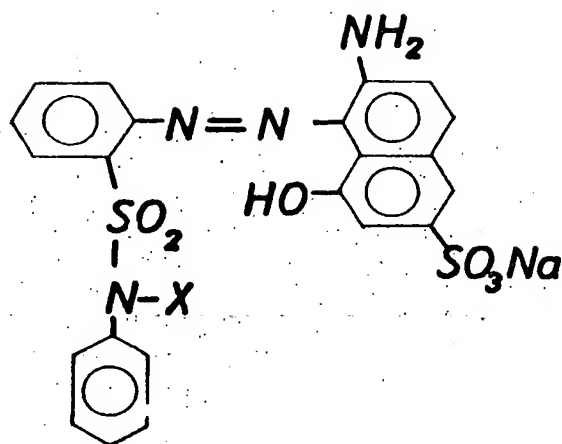
Przykład II. Postępując sposobem opisanym w przykładzie I, stosuje się zamiast 26,2 części N-metyloanilidu kwasu ortanilowego, 27,6 części N-etyloanilidu kwasu ortanilowego. Otrzymuje się 155 części pasty barwnika zawierającej 2% chlorku sodowego.

Przykład III. Pastę barwnika otrzymaną sposobem opisanym w przykładzie I, rozpuszcza się w 460 częściach wody w temperaturze około 60° z dodatkiem 0,5% w stosunku do ilości suchego barwnika środka przeciwpylnego Olanu G po czym chłodzi się otrzymany roztwór do temperatury około 30° i suszy w suszarni rozpyłowej.

Przykład IV. Do 7,8 części barwnika w postaci żywicy o zawartości 46% suchej substancji, otrzymanego sposobem opisanym w przykładzie I dodaje się: 1,04 części glikolu polioksyetylowanego (Polikol 400), 0,26 części trójetanoloaminy, 0,26 części soli kuchennej i 0,37 części wody. Całość homogenizuje się w ciągu 1 godziny, po czym masę ogrzewa się do temperatury 55–60° i homogenizuje dalej 1 godzinę. Otrzymuje się 12,7 części płynnego preparatu o zawartości 27,5% barwnika i koncentracji 200/100 w stosunku do barwnika w postaci proszku.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania czerwonych barwników monoazowych na drodze dwuazowania N-alkiloanilidów kwasu ortanilowego i sprzęgania uzyskanych związków dwuazoniowych z kwasem 2-amino-8-naftolo-6-sulfonowym, z n a m i e n n y t y m, że N-alkiloanilid kwasu ortanilowego stapia się do konsystencji płynnej, wylewa stopioną masę do stężonego kwasu solnego, a wytrącony w postaci chlorowodoru anilid poddaje dwuazowaniu, następnie prowadzi proces sprzęgania z wymienionym wyżej składnikiem biernym w obecności chlorku sodowego, po czym wyodrębniony ze środowiska reakcji barwnik rozpuszcza się w wodzie w temperaturze 40–80°C z dodatkiem węgla sodowego w środowisku o wartości pH około 7 i wytrąca z uzyskanego roztworu działaniem węgla sodowego, wydziela i rozpuszcza ponownie w wodzie z dodatkiem środka przeciwpylnego, po czym suszy się w suszarni rozpyłowej lub przeprowadza w postać płynu przez dodanie niejonowego środka powierzchniowoczynnego, korzystnie eteru poliglikolowego, trójetanoloaminy, soli kuchennej i wody.



BEST AVAILABLE COPY